

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-145704

(43)Date of publication of application : 27.05.1994

(51)Int.Cl.

B22F 1/02
C22C 1/04

(21)Application number : 04-324746

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP
SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 10.11.1992

(72)Inventor : KUGA MITSUHIRO
SUZUKI HIDEO
SHIMODAIRA KENICHI
NOSE YASUTO
YOTSUYA SHINICHI

(54) PRODUCTION OF TI ALLOY BY METAL POWDER INJECTION MOLDING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a Ti alloy sintered body in which the intrusion of carbon and oxygen at the time of kneading, compacting and debinding is prevented and having low carbon content and low oxygen content plating Ti powder with Ni, Co, Cu, Ag and Au in a metal powder injection molding method.

CONSTITUTION: The surface of Ti powder is plated with one or more kinds among Ni, Co, Cu, Ag and Au whose bonding strength with carbon and oxygen is weaker than that of Ti, by which the intrusion of carbon and oxygen can be prevented. Furthermore, it is plated with one or more kinds among Ni, Co, Cu, Ag and Au whose m.p. is far lower than that of Ti powder, by which uniform liquid phase sintering and sintering are accelerated to improve the strength of the sintered body, particularly, its deflective strength. Moreover, the thickness of the plating is preferably regulated to 0.01 to 0.4 μ , and in the case of <0.01 μ , uniform plating can not be applied, so that the desired sintered body can not be obtd., and in the case of 0.4 μ , the brittleness of the material deteriorates.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.06.1999

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than withdrawal
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application] 20.02.2002

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

PAT-NO: JP406145704A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 06145704 A

TITLE: PRODUCTION OF TI ALLOY BY METAL POWDER INJECTION MOLDING
METHOD

PUBN-DATE: May 27, 1994

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KUGA, MITSUHIRO

SUZUKI, HIDEO

SHIMODAIRA, KENICHI

NOSE, YASUTO

YOTSUYA, SHINICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

KAWASAKI STEEL CORP

N/A

SEIKO EPSON CORP

N/A

APPL-NO: JP04324746

APPL-DATE: November 10, 1992

INT-CL (IPC): B22F001/02, C22C001/04

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a Ti alloy sintered body in which the intrusion of carbon and oxygen at the time of kneading, compacting and debinding is prevented and having low carbon content and low oxygen content plating Ti powder with Ni, Co, Cu, Ag and Au in a metal powder injection molding method.

CONSTITUTION: The surface of Ti powder is plated with one or more kinds among Ni, Co, Cu, Ag and Au whose bonding strength with carbon and oxygen is weaker than that of Ti, by which the intrusion of carbon and oxygen can be prevented. Furthermore, it is plated with one or more kinds among Ni, Co, Cu, Ag and Au whose m.p. is far lower than that of Ti powder, by which uniform liquid phase sintering and sintering are accelerated to improve the strength of the sintered body, particularly, its deflective strength. Moreover, the thickness of the plating is preferably regulated to 0.01 to 0.4 μ m, and in the

case of $<0.01\mu$, uniform plating can not be applied, so that the desired sintered body can not be obtd., and in the case of 0.4μ , the brittleness of the material deteriorates.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

DERWENT-ACC-NO: 1994-211040

DERWENT-WEEK: 199426

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Production of sintered titanium@ alloy using injection
moulded powder material - by surface plating titanium@
alloy powder with at least one or nickel@, cobalt@
copper@, silver@ and gold@

PATENT-ASSIGNEE: KAWASAKI STEEL CORP[KAWI], SEIKO EPSON CORP[SHIH]

PRIORITY-DATA: 1992JP-0324746 (November 10, 1992)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 06145704 A	May 27, 1994	N/A	006	B22F 001/02

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 06145704A	N/A	1992JP-0324746	November 10, 1992

INT-CL (IPC): B22F001/02, C22C001/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 06145704A

BASIC-ABSTRACT:

Ti alloy powder has surface plated with at least one of Ni, Co, Cu, Ag and Au
less bondable to carbon and oxygen than Ti, in 0.01-0.40 microns thickness, so
that the powder is substantially prevented from being invaded by carbon and
oxygen.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: PRODUCE SINTER TITANIUM@ ALLOY INJECTION MOULD POWDER
MATERIAL

SURFACE PLATE TITANIUM@ ALLOY POWDER ONE NICKEL@ COBALT@
COPPER@
SILVER@ GOLD@

DERWENT-CLASS: M22 P53

CPI-CODES: M22-H02;

*** NOTICES ***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture approach of Ti alloy by the metal powder injection-molding method characterized by suppressing substantially invasion of the carbon at the time of kneading, shaping, and a debinder, and oxygen, and making low the carbon content and oxygen content in a sintering Ti alloy by plating more than a kind chosen as Ti powder from the group of nickel, Co, Cu, Ag, and Au in a metal powder injection-molding method.

[Claim 2] The manufacture approach of Ti alloy by the metal powder injection-molding method according to claim 1 characterized by the thickness of said metal plated into said Ti powder being 0.01-0.4 micrometers.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the manufacture approach of Ti alloy by the metal powder injection-molding method.

[0002]

[Description of the Prior Art] Ti alloy is light, strong, and since it has the property which was moreover excellent in corrosion resistance, it is used for the charge of aircraft material, the corrosion resistant material of chemistry equipment, etc. However, since the workability of forging or cutting is inferior in Ti alloy, the manufacture approach is made into a problem and manufacture of Ti alloy by powder-metallurgy processing attracts attention. Also in powder metallurgy, dimensional accuracy is excellent and the request to manufacture of Ti alloy by the metal powder injection-molding method for the ability to manufacture a complicated geometry component is high.

[0003] In manufacture of Ti alloy, especially an important point is to lower contents, such as carbon and oxygen, as much as possible in order to prevent embrittlement. By the metal powder injection-molding method, metal powder and an organic binder are kneaded, shaping, a debinder, and when [although sintered,] activity Ti powder is used, it reacts with the carbon in a binder, and an oxygen element, and a lot of carbon and oxygen are included after a debinder. In Fe system alloy and the stainless manufacture by the metal powder injection-molding method By the reaction of the carbon at the time of sintering, and oxygen, although the carbon which remains after a debinder, and oxygen can be removed (refer to JP,2-54733,A), it sets into Ti alloy. Since the carbide of Ti and the oxide are stable, it is impossible to remove carbon and oxygen at the time of sintering, therefore the carbon behind a debinder and the amount of oxygen turn into carbon of a sintered compact, and the amount of oxygen as it is.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] When this invention specifically manufactures Ti alloy by the metal powder injection-molding method for the purpose of the above-mentioned problem being solved, it presses down substantially a reaction with Ti powder and carbon at the time of kneading, shaping, and a debinder, and oxygen which pose a problem, and it aims at offering the approach of manufacturing Ti alloy of the amount of low carbon, and the amount of hypoxia.

[0005]

[Means for Solving the Problem] In a metal powder injection-molding method, by plating more than a kind chosen as Ti powder from the group of nickel, Co, Cu, Ag, and Au, this invention suppresses substantially invasion of the carbon at the time of kneading, shaping, and a debinder, and oxygen, and is characterized by making low the carbon content and oxygen content in a sintering Ti alloy.

[0006]

[Function] By plating nickel, Co, Cu, Ag, and Au element with the connection weaker than Ti with carbon and oxygen in thickness of 0.01-0.4 micrometers on Ti powder front face By plating more than a kind that prevented invasion of carbon and oxygen and was chosen from the group of nickel, Co, Cu, Ag, and Au far lower than the melting point of Ti powder, uniform liquid phase sintering and uniform

sintering are promoted, and sintered compact reinforcement, especially deflective strength can be raised. Since the thickness of plating is unable to perform uniform plating to the front face of Ti powder in less than 0.01 micrometers, carbon and oxygen invade and Ti alloy sintered compact of the amount of low carbon and the amount of hypoxia cannot be manufactured. On the other hand, in plating exceeding 0.4 micrometers in thickness, the brittleness of an ingredient deteriorates by the increment in the amount of an alloy element, and the effectiveness of this invention is lost.

[0007] Which plating approaches, such as electroless deposition and electrolytic plating, are sufficient as the plating approach.

[0008] Although the mean particle diameter of 30 micrometers or less applicable to metal powder injection molding of Ti powder which is a raw material was desirable (refer to JP,2-54733,A), the Ti powder could be built by which manufacture approaches, such as hydrogenation dehydrogenation powder and a gas atomizing powder.

[0009] The well-known binder used for the metal powder injection-molding method can be used for an organic binder. The high pressurized kneader of the kneading force is suitable for kneading. The injection molding machine used for general metal powder injection molding performs shaping. Moreover, as for cleaning, it is desirable to be under reduced pressure among a non-oxidizing atmosphere, and to degrease with a thermal decomposition method in order to prevent oxidation. Sintering is performed in a non-oxidizing atmosphere or a vacuum.

[0010]

[Example] By the approach of expressing to Ti powder with a mean particle diameter of 25 micrometers below, the electroless deposition and those combination alloy plating of nickel, Co, Cu, Ag, and Au were performed.

[0011] Since the oxygen in atmospheric air sticks to Ti powder front face and the passive state film is formed in it even if it is going to perform direct plating when performing electroless deposition on Ti powder, it is necessary to deposit the electroless deposition film on Ti powder alternatively by being unable to cover the good plating film of adhesion, therefore activating Ti powder front face.

[0012] First, after being immersed in the dilute sulfuric acid of concentration 5(volume) % for 5 minutes, pure-water washing for 5 minutes is performed. Next, it is immersed in the sensitizing liquid of the presentation shown in Table 1 for 10 minutes at a room temperature, and pure-water washing is performed for 5 minutes after that. furthermore, for [after being immersed in the activating liquid shown in Table 2 for 10 minutes at a room temperature] 5 minutes -- dead water -- it was calmly immersed in inside and excessive activating liquid was washed.

[0013] After activating Ti powder front face on the above conditions, electroless deposition in the presentation and conditions which are shown in Table 3 was performed. During plating, while agitating so that Ti powder may not precipitate, it is desirable to add a need chemical so that the constituent concentration of electroless deposition liquid and PH may be kept constant.

[0014] Plating coat thickness was formed in Ti powder front face in 0.005 to 0.5 micrometers using each plating liquid by changing plating time amount from 3 minutes to 2 hours.

[0015] Next, such plating powder was kneaded with the organic binder and pressurized kneader which consist of thermoplastics, a wax, and a plasticizer, and the compound for metal powder injection molding was produced. The 55x10x3mm deflective strength test piece was fabricated for this compound with the injection molding machine. Cleaning degreased by having carried out the temperature up to 450 degrees C in nitrogen in 48 hours, then sintered by holding at 1200 degrees C in argon gas for 2 hours.

[0016] As comparison material, Ti powder (25 micrometers) which does not plate, and Co powder (25 micrometers), nickel powder (10 micrometers), Cu powder (20 micrometers), Ag powder (25 micrometers) and Au powder (25 micrometers) were mixed separately, respectively, the mixed powder of Ti alloy was produced, kneading, shaping, cleaning, and sintering were performed, and the sintered compact was obtained.

[0017] The result of having measured the brittle evaluation and the degree of hardness by analysis of a carbon content and the amount of oxygen and deflective strength trial about the above sintered compact is shown in Table 4 and 5. The sintered compact of this invention shows a value with low carbon

content and amount of oxygen compared with comparison material. Moreover, effectiveness with the same said of ***** is acquired in alloy plating. With the fall of this amount of oxygen, defective strength shows a high value, conversely, a degree of hardness shows a low value and brittleness is improved by plating into Ti powder.

[0018]

[Table 1]

センシタイジング液組成		
・塩化第1スズ	;	1 g / 1
・36%塩酸	;	1 ml / 1

[0019]

[Table 2]

アクチバーティング液組成		
・塩化第パラジウム	;	1 g / 1
・36%塩酸	;	1 ml / 1

[0020]

[Table 3]

(無 電 解 メ ッ キ 条 件)

メッキ種	メ ッ キ 浴 組 成	液 温 度
N i	・ 硫酸ニッケル ; 3 0 g / 1 ・ 次亜リン酸ソーダー ; 1 5 g / 1 ・ クエン酸ナトリウム ; 5 0 g / 1 ・ 酢酸ナトリウム ; 1 6 g / 1	8 0 ℃
C o	・ 硫酸コバルト ; 2 5 g / 1 ・ 次亜リン酸ソーダー ; 1 5 g / 1 ・ クエン酸ナトリウム ; 5 0 g / 1	9 0 ℃
C u	・ 硫酸銅 ; 3 0 g / 1 ・ 炭酸ナトリウム ; 2 5 g / 1 ・ 酒石酸塩 ; 1 0 0 g / 1 ・ 水酸化ナトリウム ; 4 0 g / 1 ・ 3 7 %ホルムアルデヒド ; 1 5 0 m l / 1	室 温
A g	・ 硝酸銀 ; 2 0 g / 1 ・ アンモニア水 ; 1 0 0 m l / 1 ・ ブドウ糖 ; 2 5 g / 1 ・ 酒石酸 ; 2 g / 1	室 温
A u	・ シアン化金カリウム ; 3 g / 1 ・ 塩化アンモニウム ; 7 0 g / 1 ・ クエン酸ナトリウム ; 4 5 g / 1 ・ 次亜リン酸ソーダー ; 1 5 g / 1	9 0 ℃

[0021]

[Table 4]

本 発 明 と 比 較 材 の 材 料 特 性

	試 料	メッキ厚さ (μm)	C 量 (wt %)	O 量 (wt %)	抗 析 力 (kg/mm^2)	硬 度 (Hv)
(比較例)	Ti-0.5%Ni	0.005	0.2	0.4	62	287
(本発明)	Ti-6%Ni	0.17	0.6	1.1	119	183
(本発明)	Ti-12%Ni	0.38	0.3	0.3	121	207
(比較例)	Ti-15%Ni	0.45	0.2	0.2	78	401
(比較例)	Ti-0.6%Co	0.004	0.2	0.6	48	305
(本発明)	Ti-6%Co	0.15	0.2	0.3	111	196
(比較例)	Ti-6%Co	-(混粉)	0.5	0.8	63	322
(比較例)	Ti-14%Co	0.51	0.1	0.3	81	441
(本発明)	Ti-5%Cu	0.14	0.3	0.4	109	196
(比較例)	Ti-5%Cu	-(混粉)	0.6	0.9	51	355
(本発明)	Ti-3%Ag	0.12	0.4	0.4	101	207
(比較例)	Ti-3%Ag	-(混粉)	0.8	1.1	43	336
(本発明)	Ti-2%Au	0.08	0.2	0.2	98	174
(比較例)	Ti-2%Au	-(混粉)	0.7	0.9	41	329

[0022]

[Table 5]

本 発 明 (合 金 メ ッ キ) の 材 料 特 性

試 料	メッキ厚さ (μm)	C 量 (wt %)	O 量 (wt %)	抗 析 力 (kg/mm^2)	硬 度 (Hv)
Ti-1%Ni-4%Ag	0.18	0.3	0.5	116	207
Ti-3%Ni-3%Co	0.35	0.4	0.2	125	225
Ti-1%Ni-1%Co -1.5%Cu	0.25	0.3	0.3	135	229
Ti-1%Ni-1%Co -1.5%Cu-2%Ag	0.39	0.2	0.5	104	235

[0023]

[Effect of the Invention] As explained in detail above, in a metal powder injection-molding method, by

plating more than a kind chosen as Ti powder from the group of nickel, Co, Cu, Ag, and Au, this invention suppresses substantially invasion of the carbon at the time of kneading, shaping, and a debinder, and oxygen, and is characterized by making low the carbon content and oxygen content in a sintering Ti alloy.

[0024] According to this invention, it becomes possible to manufacture Ti alloy sintered compact with low carbon content and amount of oxygen by the metal powder injection-molding method, and contributes to the brittle improvement which is the trouble of Ti alloy greatly.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-145704

(43)公開日 平成 6 年(1994) 5 月27 日

(51)IntCl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 1/02	A			
C 2 2 C 1/04	C			

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 6 頁)

(21)出願番号	特願平4-324746	(71)出願人	000001258 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通 1 丁目 1 番28 号
(22)出願日	平成 4 年(1992)11月10日	(71)出願人	000002369 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿 2 丁目 4 番 1 号
		(72)発明者	久我 光広 千葉県千葉市中央区川崎町 1 番地 川崎製 鉄株式会社技術研究本部内
		(74)代理人	弁理士 松下 義勝 (外 1 名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 金属粉末射出成形法による T i 合金の製造方法

(57)【要約】

〔目的〕 金属粉末射出成型法により T i 合金焼結体の製造方法の提供。

〔構成〕 金属粉末射出成形法において T i 粉に N i、C o、C u、A g および A u の群から選ばれた一種以上の金属をメッキすることにより、混練、成形、脱バインダー時の炭素、酸素の侵入を防止し、低炭素量かつ低酸素量の T i 合金焼結体を得る。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属粉末射出成形法において、Ti粉にNi、Co、Cu、AgおよびAuの群から選ばれた一種以上をメッキすることにより、混練、成形、脱バインダー時の炭素、酸素の侵入を実質的に抑え、焼結Ti合金中の炭素量および酸素含有量を低くすることを特徴とする金属粉末射出成形法によるTi合金の製造方法。

【請求項2】 前記Ti粉にメッキする前記金属の厚さが0.01~0.4μmであることを特徴とする請求項1記載の金属粉末射出成形法によるTi合金の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は金属粉末射出成形法によるTi合金の製造方法に係る。

【0002】

【従来の技術】Ti合金は軽くて強く、しかも耐食性に優れた特性を有するため、航空機用材料や化学装置の耐食材料等に用いられている。しかし、Ti合金は、鍛造や切削の加工性が劣るため、その製造方法が問題とされ、粉末冶金法によるTi合金の製造が注目されている。粉末冶金の中でも、寸法精度が優れ、複雑形状部品が製造可能な金属粉末射出成形法によるTi合金の製造に対する要望が高くなっている。

【0003】Ti合金の製造において、特に重要な点は、脆化を防ぐため、炭素、酸素等の含有量を極力下げることにある。金属粉末射出成形法では、金属粉末と有機バインダーを混練し、成形、脱バインダー、焼結するが、活性なTi粉を用いた場合、バインダー中の炭素、酸素元素と反応し、脱バインダー後に多量の炭素、酸素を含む。金属粉末射出成形法によるFe系合金やステンレスの製造においては、焼結時の炭素と酸素の反応により、脱バインダー後に残留する炭素、酸素は取り除くことが可能であるが（特開平2-54733号公報参照）、Ti合金においては、Tiの炭化物、酸化物が安定なため、焼結時に炭素、酸素を取り除くことは不可能であり、そのため、脱バインダー後の炭素、酸素量がそのまま焼結体の炭素、酸素量となる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記問題の解決することを目的とし、具体的には、金属粉末射出成形法により、Ti合金を製造する場合に問題となる、混練、成形、脱バインダー時のTi粉と炭素や酸素との反応を実質的に抑え、低炭素量かつ低酸素量のTi合金を製造する方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、金属粉末射出成形法において、Ti粉にNi、Co、Cu、AgおよびAuの群から選ばれた一種以上をメッキすることにより、混練、成形、脱バインダー時の炭素、酸素の侵入を

2

実質的に抑え、焼結Ti合金中の炭素量および酸素含有量を低くすることを特徴とする。

【0006】

【作用】Tiよりも炭素、酸素との結びつきが弱いNi、Co、Cu、AgおよびAu元素を、Ti粉表面に0.01~0.4μmの厚さにメッキすることにより、炭素および酸素の侵入を防ぎ、また、Ti粉の融点よりはるかに低いNi、Co、Cu、AgおよびAuの群から選ばれた一種以上をメッキすることによって、均一な液相焼結や焼結が促進されて、焼結体強度、特に抗折力を向上させることができる。メッキの厚さが0.01μm未満では、Ti粉の表面に均一なメッキを施すことが不可能なため、炭素、酸素が侵入し、低炭素量、低酸素量のTi合金焼結体は製造できない。一方、厚さ0.4μmを超えるメッキでは、合金元素の量の増加により材料の脆性が劣下し、本発明の効果はなくなる。

【0007】メッキ方法は、無電解メッキ、電解メッキ等のいずれのメッキ方法でもよい。

【0008】原料であるTi粉は、金属粉末射出成形に適用可能な、平均粒径30μm以下が望ましいが（特開平2-54733号公報参照）、そのTi粉は水素化脱水素粉、ガスアトマイズ粉等のいずれの製造方法でつくられたものでもよい。

【0009】有機バインダーは、金属粉末射出成形法に用いられている、公知のバインダーを使用することができる。混練は、混練力の高い加圧ニーダーが好適である。成形は、一般の金属粉末射出成形に用いられる射出成形機により行なう。また、脱脂は、酸化を防ぐため、非酸化性雰囲気中あるいは減圧中で熱分解法により脱脂するのが好ましい。焼結は、非酸化性雰囲気中あるいは真空中で行なう。

【0010】

【実施例】平均粒径25μmのTi粉に以下に表す方法で、Ni、Co、Cu、Ag、Auの無電解メッキおよびそれらの組み合わせ合金メッキを行なった。

【0011】Ti粉末上に無電解メッキを施す場合、直接メッキを行なおうとしても、Ti粉末表面に大気中の酸素が吸着し不動態膜を形成しているために、密着性の良いメッキ膜を被覆する事が出来ない、従って、Ti粉末表面の活性化を行なうことにより、無電解メッキ膜を選択的にTi粉末上に析出させる必要がある。

【0012】まず、濃度5（体積）%の希硫酸に5分間浸漬した後、5分間の純水洗浄を行なう。次に、表1に示す組成のセンシタイジング液に室温にて10分間浸漬し、その後5分間純水洗浄を行なう。さらに、表2に示すアクチベータング液に室温にて10分間浸漬した後、5分間静水中に静かに浸漬し余分なアクチベータング液を洗浄した。

【0013】上記の様な条件でTi粉末表面を活性化した後、表3に示す組成、条件での無電解メッキを行な

た。メッキ中は、Ti粉末が沈澱しないように攪拌を行なうと共に、無電解メッキ液の成分濃度、PHを一定に保つように必要薬品を添加する事が望ましい。

【0014】各メッキ液を用い、メッキ時間を3分から2時間まで変える事によって、メッキ皮膜厚みを0.005から0.5 μ mの範囲でTi粉末表面に形成した。

【0015】次に、これらのメッキ粉を熱可塑性樹脂、ワックス、可塑剤からなる有機バインダーと加圧ニーダーにて混練し、金属粉末射出成形用コンパウンドを作製した。このコンパウンドを射出成形機にて、55 \times 10 \times 3mmの抗折力試験片を成形した。脱脂は、窒素中で450℃まで48時間で昇温し脱脂を行ない、続いて、アルゴンガス中で1200℃で2時間保持し、焼結を行なった。

【0016】比較材として、メッキを施さないTi粉(25 μ m)とCo粉(25 μ m)、Ni粉(10 μ m)、Cu粉(20 μ m)、Ag粉(25 μ m)、Au粉(25 μ m)とをそれぞれ別々に混合し、Ti合金の混合粉を作製し、混練、成形、脱脂、焼結を行ない、焼*

*結体を得た。

【0017】以上の焼結体について、炭素量、酸素量の分析、抗折力試験による脆性評価および硬度を測定した結果を表4および表5に示す。本発明の焼結体は、比較材に比べ、炭素量、酸素量とも低い値を示す。また、合金メッキを施こした焼結体についても同様の効果が得られている。この酸素量の低下に伴ない、抗折力は高い値を示し、逆に硬度は低い値を示し、Ti粉にメッキを施すことにより脆性が改善されている。

【0018】

【表1】

センシタイジング液組成	
・塩化第1スズ	; 1g/l
・36%塩酸	; 1ml/l

【0019】

【表2】

アクチベータリング液組成	
・塩化第パラジウム	; 1g/l
・36%塩酸	; 1ml/l

【0020】

※ ※【表3】

(無 電 解 メ ッ キ 条 件)

メッキ種	メ ッ キ 浴 組 成	液 温 度
N i	<ul style="list-style-type: none"> ・ 硫酸ニッケル ; 30 g / l ・ 次亜リン酸ソーダー ; 15 g / l ・ クエン酸ナトリウム ; 50 g / l ・ 酢酸ナトリウム ; 16 g / l 	80℃
C o	<ul style="list-style-type: none"> ・ 硫酸コバルト ; 25 g / l ・ 次亜リン酸ソーダー ; 15 g / l ・ クエン酸ナトリウム ; 50 g / l 	90℃
C u	<ul style="list-style-type: none"> ・ 硫酸銅 ; 30 g / l ・ 炭酸ナトリウム ; 25 g / l ・ 酒石酸塩 ; 100 g / l ・ 水酸化ナトリウム ; 40 g / l ・ 37%ホルムアルデヒド ; 150 ml / l 	室 温
A g	<ul style="list-style-type: none"> ・ 硝酸銀 ; 20 g / l ・ アンモニア水 ; 100 ml / l ・ ブドウ糖 ; 25 g / l ・ 酒石酸 ; 2 g / l 	室 温
A u	<ul style="list-style-type: none"> ・ シアン化金カリウム ; 3 g / l ・ 塩化アンモニウム ; 70 g / l ・ クエン酸ナトリウム ; 45 g / l ・ 次亜リン酸ソーダー ; 15 g / l 	90℃

【0021】

* * 【表4】

本 発 明 と 比 較 材 の 材 料 特 性

	試 料	メッキ厚さ (μm)	C 量 (wt%)	O 量 (wt%)	抗 折 力 (kg/mm^2)	硬 度 (Hv)
(比較例)	Ti-0.5%Ni	0.005	0.2	0.4	62	287
(本発明)	Ti-6%Ni	0.17	0.6	1.1	119	183
(本発明)	Ti-12%Ni	0.38	0.3	0.3	121	207
(比較例)	Ti-15%Ni	0.45	0.2	0.2	78	401
(比較例)	Ti-0.6%Co	0.004	0.2	0.6	48	305
(本発明)	Ti-6%Co	0.15	0.2	0.3	111	196
(比較例)	Ti-6%Co	-(混粉)	0.5	0.8	63	322
(比較例)	Ti-14%Co	0.51	0.1	0.3	81	441
(本発明)	Ti-5%Cu	0.14	0.3	0.4	109	196
(比較例)	Ti-5%Cu	-(混粉)	0.6	0.9	51	355
(本発明)	Ti-3%Ag	0.12	0.4	0.4	101	207
(比較例)	Ti-3%Ag	-(混粉)	0.8	1.1	43	336
(本発明)	Ti-2%Au	0.08	0.2	0.2	98	174
(比較例)	Ti-2%Au	-(混粉)	0.7	0.9	41	329

【0022】

* * 【表5】

本 発 明 (合 金 メ ッ キ) の 材 料 特 性

試 料	メッキ厚さ (μm)	C 量 (wt%)	O 量 (wt%)	抗 折 力 (kg/mm^2)	硬 度 (Hv)
Ti-1%Ni-4%Ag	0.18	0.3	0.5	116	207
Ti-3%Ni-3%Co	0.35	0.4	0.2	125	225
Ti-1%Ni-1%Co	0.25	0.3	0.3	135	229
-1.5%Cu					
Ti-1%Ni-1%Co	0.39	0.2	0.5	104	235
-1.5%Cu-2%Ag					

【0023】

【発明の効果】以上詳しく説明したように、本発明は、金属粉末射出成形法において、Ti粉にNi、Co、Cu、AgおよびAuの群から選ばれた一種以上をメッキすることにより、混練、成形、脱バインダー時の炭素、酸素の侵入を実質的に抑え、焼結Ti合金中の炭素量お※50

※および酸素含有量を低くすることを特徴とする。

【0024】本発明によれば、金属粉末射出成形法により炭素量、酸素量の低いTi合金焼結体を製造することが可能となり、Ti合金の問題点である脆性改善に大きく寄与するものである。

フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 日出夫
千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製
鉄株式会社技術研究本部内

(72)発明者 下平 賢一
長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ
ーエプソン株式会社内

(72)発明者 野瀬 保人
長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ
ーエプソン株式会社内

(72)発明者 四谷 真一
長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ
ーエプソン株式会社内